

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

<b>(51) Classification internationale des brevets <sup>6</sup> :</b> <b>A61K 7/50, A23L 3/3562, A01N 31/06</b>	<b>A1</b>	<b>(11) Numéro de publication internationale: WO 97/45101</b> <b>(43) Date de publication internationale: 4 décembre 1997 (04.12.97)</b>
<b>(21) Numéro de la demande internationale:</b> PCT/FR97/00913 <b>(22) Date de dépôt international:</b> 23 mai 1997 (23.05.97) <b>(30) Données relatives à la priorité:</b> 96/06517 24 mai 1996 (24.05.96) <b>FR</b> <b>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US):</b> ULICE [FR/FR]; ZAC des Portes de Riom, F-63200 Riom (FR). <b>(72) Inventeurs; et</b> <b>(75) Inventeurs/Déposants (US seulement):</b> BOURES, Emmanuel [FR/FR]; 8 bis, cours Sablon, F-63000 Clermont-Ferrand (FR). MESSAGER, Arnaud [FR/FR]; 9, rue Soubrany, F- 63200 Riom (FR). <b>(74) Mandataires:</b> GUTMANN, Ernest etc.; Ernest Gutmann - Yves Plasseraud S.A., 3, rue Chauveau-Lagarde, F-75008 Paris (FR).	<b>(81) Etats désignés:</b> AU, CA, JP, NO, US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).  <b>Publiée</b> <i>Avec rapport de recherche internationale.</i>	
<b>(54) Title:</b> USE OF $\alpha$ -ALKYLGLUCOSIDES AND $\alpha$ -ALKYLGLUCOSIDE ESTERS AS ANTI-MICROBIAL EMULSIFYING AGENTS <b>(54) Titre:</b> UTILISATION D' $\alpha$ -ALKYLGLUCOSIDES ET D'ESTERS D' $\alpha$ -ALKYLGLUCOSIDES EN TANT QU'AGENTS EMULSIONNANTS ANTI-MICROBIENS  <b>(57) Abstract</b> <p>The invention discloses the use in a compound, in particular pharmaceutical, cosmetic or agri-food compound, of an <math>\alpha</math>-alkylglucoside constituent or an <math>\alpha</math>-alkylglucoside ester constituent, or a mixture of both, as a microbicidal agent, in particular bactericidal or fungicidal or both, the said constituent or the said mixture being in sufficient proportion to preserve the said compound from microbial, in particular bacterial and/or fungal, development.</p> <b>(57) Abrégé</b> <p>L'invention concerne l'utilisation dans une composition, notamment pharmaceutique, cosmétique ou agro-alimentaire, d'un composant <math>\alpha</math>-alkylglucoside ou d'un composant ester d'<math>\alpha</math>-alkylglucoside ou un mélange de ceux-ci, en tant qu'agent microbicide, notamment bactéricide ou fongicide ou les deux à la fois, ledit composant ou ledit mélange étant en proportion suffisante pour préserver ladite composition d'un développement microbien notamment bactérien ou fongique ou les deux à la fois.</p>		

# UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Bésil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakhstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LJ	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

**UTILISATION D' $\alpha$ -ALKYLGLUCOSIDES ET D'ESTERS D' $\alpha$ -  
ALKYLGLUCOSIDES EN TANT QU'AGENTS EMULSIONNANTS ANTI-  
MICROBIENS**

La présente invention concerne l'utilisation d'  $\alpha$ -alkylglucosides  
5 et/ou d'esters d' $\alpha$ -alkylglucoside, plus particulièrement d'esters d' $\alpha$ -  
butylglucoside, en tant qu'agent anti-microbien, notamment anti-bactérien  
et/ou anti-fongique, pour la préparation de compositions pharmaceutiques,  
cosmétiques ou agro-alimentaires, ou autres types de compositions dès  
l'instant où la présence d'un tel agent anti-microbien s'avère nécessaire.  
10 L'invention se rapporte en outre à des compositions spécifiques de telles  
utilisations et comprenant de tels agents anti-microbiens.

La protection des produits cosmétiques, dermatologiques,  
pharmaceutiques et agro-alimentaires contre un éventuel développement  
microbien nécessite l'emploi de conservateurs. Cependant, la plupart des  
15 conservateurs actuellement utilisés, notamment en cosmétique et dans les  
spécialités pharmaceutiques topiques, sont susceptibles de provoquer des  
irritations cutanées et oculaires. En outre, des incompatibilités avec les  
composants utilisés, notamment certains tensioactifs, sont possibles.

Les esters d'acide gras de sucre ou d'alkylglucoside sont connus  
20 pour leurs propriétés émulsionnantes et conditionnantes vis à vis des  
cheveux et de la peau. Leurs utilisations en cosmétique sont décrites dans  
de nombreux articles et demandes de brevets.

De façon inattendue, les inventeurs ont découvert que les esters  
d' $\alpha$ -alkylglucoside possèdent, outre les propriétés émulsionnantes qu'on  
25 connaît, des propriétés bactéricides et/ou fongicides. Parallèlement, il a été  
découvert que des  $\alpha$ -alkylglucosides, dont certains pourraient constituer le  
substrat de la réaction d'estérification fournissant lesdits esters, possèdent  
aussi certaines propriétés antimicrobiennes, notamment bactéricides.

Un but de la présente invention est donc de fournir des moyens  
30 permettant d'empêcher ou de réduire efficacement des développements

microbiens dans un milieu qui y est propice, tout en évitant les problèmes inhérents à l'utilisation de certains types de conservateurs tel que précédemment évoqué.

La présente invention a donc pour principal objet l'utilisation dans  
5 une composition, notamment pharmaceutique, cosmétique ou agro-alimentaire, d'un composant  $\alpha$ -alkylglucoside ou d'un composant ester d' $\alpha$ -alkylglucoside ou un mélange de ceux-ci, en tant qu'agent microbicide, notamment bactéricide ou fongicide ou les deux à la fois, ledit composant ou ledit mélange étant en proportion suffisante pour préserver ladite  
10 composition d'un développement microbien notamment bactérien ou fongique ou les deux à la fois.

Il est entendu que la présente invention couvre également l'utilisation de mélanges d'au moins deux composants différents esters d' $\alpha$ -alkyl glucoside et/ou  $\alpha$ -alkyl glucosides.

15 Le pouvoir conservateur de tels composés permet donc un effet « auto-protecteur » contre la contamination microbienne des formules pharmaceutiques, cosmétiques, dermatologiques, ou agro-alimentaires. Les esters d' $\alpha$ -alkylglucosides, et notamment les esters d' $\alpha$ -butylglucoside, peuvent être obtenus par estérification enzymatique à partir d' $\alpha$ -  
20 alkylglucoside tel que cela est décrit dans le brevet d'invention PCT/FR92/00782. Les produits obtenus par ce procédé sont stéréospécifiques ( $\alpha$ ) et sont normalement des monoglucosides. En raison de l'absence d'anomère  $\beta$  dans les produits utilisés selon la présente invention, certaines caractéristiques physiques, telles que le point de  
25 fusion et la solubilité de l'alkylglucoside sont définies de façon très précise.

Les  $\alpha$ -alkylglucosides sont estérifiés de préférence dans les positions C<sub>6</sub> puis C<sub>2</sub>. Cette estérification enzymatique est catalysée par un préparation enzymatique ayant une activité de lipase. Les conditions de réaction permettent soit d'enrichir la proportion en monester d' $\alpha$ -  
30 alkylglucosid s, estérification majoritairement sur le C<sub>6</sub>, soit d'enrichir la

proportion en diester, estérification majoritairement n C<sub>2</sub> et C<sub>6</sub>. Le procédé mis en oeuvre permet d'estérifier aussi bien les acides gras saturés que les acides gras insaturés.

De tels esters sont stéréospécifiques, chimiquement purs et  
5 parfaitement caractérisés. Ils ne se retrouvent en outre pas mêlés à des produits secondaires, dès lors qu'ils sont obtenus par un procédé de synthèse entièrement enzymatique. Ces esters d' $\alpha$ -alkylglucosides étant en outre des agents émulsifiants non toxiques et non irritants, sont ainsi particulièrement appropriés à une utilisation cosmétique, pharmaceutique  
10 ou alimentaire.

Dans une utilisation préférée selon la présente invention, le composant ester d' $\alpha$ -alkylglucoside,  $\alpha$ -alkylglucoside ou leur mélange est en proportion comprise entre environ 0,5% et 10%, de préférence entre environ 2,5% et 5% en poids de la susdite composition.

15 En outre, le composant ester d' $\alpha$ -alkylglucoside est, en tant qu'agent bactéricide, en proportion au moins égale à environ 3,5 %, de préférence 5%, en poids de la composition.

Dans une utilisation préférée, le groupe alkyle de l' $\alpha$ -alkylglucoside ou de l'ester d' $\alpha$ -alkylglucoside est un groupe comportant 1 à 6 atomes de  
20 carbone, de préférence un groupe butyle.

De préférence, dans une telle utilisation l'ester d' $\alpha$ -butylglucoside représente au moins 40%, de préférence 80%, en poids de l'agent bactéricide et/ou fongicide.

Dans une utilisation particulièrement préférée, l'ester d' $\alpha$ -  
25 alkylglucoside est un mono- ou di- caprate d' $\alpha$ -butylglucoside, un mono- ou di- palmitate d' $\alpha$ -butylglucoside, un mono- ou di- cocoate d' $\alpha$ -butylglucoside.

Parmi les esters pouvant également être utilisés on citera les laurates, les myristates et les stéarates.

Ainsi que décrit ci-dessus, les inventeurs ont également découvert les propriétés bactéricides et fongicides d' $\alpha$ -alkylglucosides. Dans une utilisation préférée de la présente invention, le composant  $\alpha$ -alkylglucoside est, en tant qu'agent bactéricide, en proportion comprise  
5 entre environ 0,5% et 5% poids de la composition et, en tant qu'agent fongicide, en proportion comprise entre environ 1% et 3% en poids de la composition.

Selon les conditions dans lesquelles s'effectue l'utilisation selon la présente invention, il peut arriver que, dans une certaine mesure, l'activité  
10 microbicide des susdits composants varie. Il est entendu qu'il est dès lors tout à fait à la portée de l'homme du métier d'adapter ces conditions pour l'obtention de l'effet microbicide recherché.

La présente invention se rapporte également à une composition pharmaceutique, cosmétique ou agro-alimentaire dont le principe actif  
15 comprend un ester d' $\alpha$ -alkylglucoside, un  $\alpha$ -alkylglucoside ou un mélange de ceux-ci, dont le groupe alkyle comporte 1 à 6 atomes de carbone. De manière préférée, ce principe actif est présent à raison de 0,5% à 10%, de préférence 2,5% à 5%, en poids par rapport à ladite composition.

De préférence, le groupe alkyle de l' $\alpha$ -alkylglucoside et/ou de l'ester  
20 d' $\alpha$ -alkylglucoside est un groupe comportant 1 à 6 atomes de carbone, de préférence un groupe butyle.

Dans une composition préférée de l'invention, l'ester d' $\alpha$ -alkylglucoside est un mono- ou di- caprate d' $\alpha$ -butylglucoside, un mono- ou  
25 di- palmitate d' $\alpha$ -butylglucoside, un mono- ou di- cocoate d' $\alpha$ -butylglucoside.

Dans une composition particulièrement préférée, le principe actif est constitué de l'un des mélanges a), b), c), et d) suivants :

a)	Polyéthylène glycol (30) dipolyhydroxystéarate	15 %
	Monocaprate d' $\alpha$ -butylglucoside	48 %

	Dipalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	37 %
	b) Ester de polyoxyde d'éthylène et d'alcool gras	40 %
	Ether de polyéthylène glycol (21) et alcool stéarique	15 %
5	Monocaprato d' $\alpha$ -butylglucoside	26 %
	Monopalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	19 %
	c) Ester d'acide citrique et glyceryl sorbitol	20 %
	Monocaprato d' $\alpha$ -butylglucoside	46 %
10	Monopalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	34 %
	d) Dicocoate d' $\alpha$ -butylglucoside	48 %
	Monococoate d' $\alpha$ -butylglucoside	37 %
15	Monopalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	15 %

Ces mélanges a), b), c), et d) ont été respectivement dénommés :  
BEC 4, BEC 721985, BEC SCS et BEC SH.

De préférence encore, le pH d'une composition selon l'invention, est compris entre 3 et 10, et de préférence environ égal à 5.

20

La présente invention se rapporte en outre à un procédé de préparation d'un ester d' $\alpha$ -butylglucoside pour une utilisation selon l'invention, dans lequel ledit ester d' $\alpha$ -butylglucoside est obtenu par estérification enzymatique stéréospécifique d' $\alpha$ -butylglucoside en présence d'un agent déviscosifiant, notamment l'hexane

25

La présente invention concerne également un procédé de traitement anti-microbien externe, notamment chez l'humain, dans lequel les composés du type  $\alpha$ -alkylglucosides et esters d' $\alpha$ -alkylglucosides précédemment décrits agissent en tant qu'agents anti-bactériens et/ou anti-fongiques, sous différentes formes galéniques.

30



Les inventeurs ont donc testé l'activité bactéricide et/ou fongicide de composés du type  $\alpha$ -alkylglucosides et esters d' $\alpha$ -alkylglucosides afin de déterminer les conditions, notamment les concentrations, dans lesquelles lesdits composés doivent être utilisés pour que les activités recherchées soient obtenues. Les résultats de ces tests ont été analysés conformément à la Pharmacopée Française qui décrit une méthodologie de contrôle de l'efficacité des agents de conservation anti-microbiens dans les préparations pharmaceutiques et établit des critères d'efficacité minimale en fonction des voies d'administration du médicament. Ainsi, des critères spécifiques sont fixés pour les spécialités topiques que l'on peut considérer comme proches des produits cosmétiques dans leur conception. Les critères recommandés et significatifs de l'efficacité bactéricide et/ou fongicide d'un produit sont :

15        -pour un effet bactéricide (*Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Eschérichia Coli*)

- réduction de 3 unités logarithmiques en 14 jours par rapport à la population initiale,

20        - aucune augmentation de la croissance microbienne après 14 jours et jusqu'au 28<sup>ème</sup> jour, date d'arrêt du test;

-pour un effet fongicide (levures et moisissures) (*Candida albicans*, *Aspergillus niger*)

- réduction d'1 unité logarithmique en 14 jours par rapport à la population initiale,

25        - aucune augmentation de la croissance microbienne après 14 jours et jusqu'au 28<sup>ème</sup> jour, date d'arrêt du test.

#### EXPRESSION DES RÉSULTATS

30        Afin de faciliter la visualisation de l'effet bactéricide ou fongicide des composés testés, les résultats obtenus ont été transcrits dans les figures 1

à 5 sous la forme de graphes présentant la diminution du nombre d germes en unité logarithmique, au cours du temps ( 1 jour, 7 jours, 14 jours, 21 jours, 28 jours).

Bref descriptif des figures :

5 La figure 1 montre l'activité anti-microbienne du mélange BEC 4 par représentation de la diminution du nombre de germes (Log ) bactériens ( Fig 1A et 1B) et fongiques (Fig 1C, 1D, 1E) à différentes concentrations, en fonction du temps (jours) chez différentes souches .

La figure 2 montre l'activité anti-microbienne du mélange BEC  
10 721985 par représentation de la diminution du nombre de germes (Log ) bactériens (Fig 2C) et fongiques (Fig 2A et 2B), à différentes concentrations, en fonction du temps (jours) chez différentes souches .

La figure 3 montre l'activité anti-microbienne du mélange BEC SCS par représentation de la diminution du nombre de germes (Log )  
15 bactériens(Fig3A) et fongiques (Fig3B), à différentes concentrations, en fonction du temps (jours) chez différentes souches .

La figure 4 montre l'activité anti-microbienne du mélange BEC SH par représentation de la diminution du nombre de germes (Log ) bactériens (Fig4A) et fongiques(Fig4B), à différentes concentrations, en fonction du  
20 temps (jours) chez différentes souches .

La figure 5 montre l'activité anti-microbienne d' $\alpha$ -alkylglucosides par représentation de la diminution du nombre de germes (Log ) bactériens (Fig5A) et fongiques (Fig5B), à différentes concentrations, en fonction du temps (jours) chez différentes souches .

25

Les résultats ont également été repris sous la forme de tableaux (voir ci-après) présentant les réductions logarithmes obtenues selon les différentes souches bactériennes ou fongiques selon lesquelles les tests ont été mis en oeuvre.

## ACTIVITE ANTIMICROBIENNE

Les tests effectués ont permis de démontrer l'activité antimicrobienne de certains types de composés ou de certains mélanges de composés. Il est entendu que les composés ou mélanges suivants, qui  
 5 constituant les agents actifs, ne limitent aucunement la portée de l'utilisation selon la présente invention.

### A/ Activité antimicrobienne du monocrate d' $\alpha$ -alkylglucosides

10 Propriétés bactéricides et fongicides du monocrate d' $\alpha$ -butylglucoside ( $\alpha$ -BG) à 3 %, 3,5 %, 4 %, 4,5 % et 5 % :

		Réduction logarithmique				
		1j	7j	14j	21j	28j
Bactéries	Staphylococcus aureus	1,7	2,3	3,5	3,8	4,4
	Escherichia coli	1,4	3,6	4,0	4,3	ST
	Pseudomonas aeruginosa	1,5	2,6	3,5	3,8	4,6
Levure	Candida albicans	1,6	2,3	3,5	4,3	4,5
Champignon	Aspergillus niger	0,5	1,7	2,6	4,3	4,2

ST = stérilité complète, disparition des souches

15

		Réduction logarithmique				
		1j	7j	14j	21j	28j
Bactéries	Staphylococcus aureus	2,4	3,3	3,5	4,3	5,1
	Escherichia coli	2,2	3,4	3,8	4,5	ST
	Pseudomonas aeruginosa	2,7	3,5	4,0	4,5	5,0
Levure	Candida albicans	2,6	3,4	4,1	4,6	ST
Champignon	Aspergillus niger	2,3	3,4	3,5	4,3	4,6

ST = stérilité complète, disparition des souches

Monocaprato d' $\alpha$ -butylglucoside à 4 %

		Réduction logarithmique				
		1j	7j	14j	21j	28j
Bactéries	Staphylococcus aureus	3,3	3,7	4,2	4,8	ST
	Escherichia coli	2,3	3,4	4,4	5,0	ST
	Pseudomonas aeruginosa	2,9	4,9	ST	ST	ST
Levure	Candida albicans	2,2	3,4	4,2	4,7	ST
Champignon	Aspergillus niger	2,5	3,4	3,7	4,4	4,9

ST = stérilité complète, disparation des souches

Monocaprato d' $\alpha$ -butylglucoside à 4,5 %

		Réduction logarithmique				
		1j	7j	14j	21j	28j
Bactéries	Staphylococcus aureus	3,5	3,9	5,2	ST	ST
	Escherichia coli	2,4	3,6	4,3	4,8	ST
	Pseudomonas aeruginosa	3,7	4,1	4,8	ST	ST
Levure	Candida albicans	2,4	3,5	4,8	ST	ST
Champignon	Aspergillus niger	2,5	3,5	4,4	4,5	ST

ST = stérilité complète, disparation des souches

Monocaprato d' $\alpha$ -butylglucoside à 5 %

		Réduction logarithmique				
		1j	7j	14j	21j	28j
Bactéries	Staphylococcus aureus	3,5	4,8	ST	ST	ST
	Escherichia coli	2,3	3,9	4,3	4,8	ST
	Pseudomonas aeruginosa	3,8	4,6	4,9	ST	ST
Levure	Candida albicans	2,4	3,7	4,5	5,0	ST
Champignon	Aspergillus niger	2,7	3,4	3,7	ST	ST

ST = stérilité complète, disparation des souches

**B/ Activité antimicrobienne des esters d' $\alpha$ -alkylglucosides**

Des esters d' $\alpha$ -alkylglucoside, plus particulièrement d' $\alpha$ -butylglucoside ont été associés ou non à d'autres composants pour former  
 5 les mélanges ci-après dénommés « BEC »:

10	<b><u>BEC 4</u></b>	Polyéthylène glycol (30) dipolyhydroxystéarate	15 %
		Monocaprate d' $\alpha$ -butylglucoside	48 %
		Dipalmitate d' $\alpha$ -butylglucosides	37 %
15	<b><u>BEC 721.885</u></b>	Ester de polyoxyde d'éthylène et d'alcool gras	40 %
		Ether de polyéthylène glycol (21) et alcool stéarique	15 %
		Monocaprate d' $\alpha$ -butylglucoside	26 %
		Monopalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	19 %
20	<b><u>BEC SCS</u></b>	Mélange d'ester d'acide citrique et glyceryl sorbitol	20 %
		Monocaprate d' $\alpha$ -butylglucoside	46 %
		Monopalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	34 %
	<b><u>BEC 8H</u></b>	Dicocoate d' $\alpha$ -butylglucoside	48 %
		Monococoate d' $\alpha$ -butylglucoside	37 %
		Monopalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	15 %

La proportion des mélanges ci-dessus dans les différentes  
 25 compositions est exprimée dans les tableaux suivants en pourcentage en poids par rapport à ladite composition.

II

I - Efficacité anti-microbienne du mélange BEC 4a) Activité bactéricide du mélange BEC 4 à 3,5% et 5% en poids par rapport à la composition totale.

5

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
Staphylococcus aureus	0,8	2,5	2,5	4,5	4,4
Escherichia coli	1,6	3,7	2,6	4,7	4,7
Pseudomonas aeruginosa	1,3	2,6	2,6	3,7	4,7

BEC 4 à 3,5%

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
Staphylococcus aureus	1,4	3,7	4,4	4,5	4,4
Escherichia coli	1,7	2,6	2,6	3,6	3,6
Pseudomonas aeruginosa	1,4	3,6	4,4	4,4	4,4

BEC 4 à 5%

10

Conformément aux spécifications de la Pharmacopée Française, le mélange BEC 4 a induit un effet bactéricide important à 3,5 %, avec une réduction logarithmique de plus de 3 au bout de 14 jours. Cet effet s'accroît pour une concentration de 5 %, notamment pour les souches *Staphylococcus aureus* et de *Pseudomonas aeruginosa*.

15

b) Activité fongicide du mélange BEC 4 à 2,5%, 3,5% et 5% en poids par rapport à la composition totale..

12

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
<i>Candida albicans</i>	0,5	1,4	2,6	3,4	3,3
<i>Aspergillus niger</i>	0,7	1,0	1,5	1,5	1,4

BEC 4 à 2,5 %

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
<i>Candida albicans</i>	1,4	3,7	3,8	3,9	3,9
<i>Aspergillus niger</i>	0,5	2,4	3,3	3,3	3,3

BEC 4 à 3,5 %

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
<i>Candida albicans</i>	1,5	3,9	4,7	4,7	4,8
<i>Aspergillus niger</i>	0,5	3,4	3,5	3,5	3,6

BEC 4 à 5 %

5

Conformément aux spécifications de la Pharmacopée Française le mélange BEC 4 induit un effet fongicide supérieur aux exigences minimales. Cet effet s'accroît notablement en fonction des concentrations croissantes utilisées. Ainsi pour *Candida albicans*, les réductions logarithmiques sont de 2,6 / 3,8 / 4,7 pour des concentrations respectivement de 2,5 % / 3,5% / 5%. Pour *Aspergillus niger*, l'augmentation des réductions logarithmiques en fonction de la concentration est plus faible : elles passent de 1,5 / 3,3 / 3,5 pour des concentrations respectivement de 2,5 % / 3,5% / 5%.

10

15

## II - Efficacité anti-microbienne du mélange BEC 721985

20

### a) Activité bactéricide du mélange BEC 721985 à 5% en poids par rapport à la composition totale

13

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
<i>Staphylococcus aureus</i>	1,7	2,4	3,8	4,4	4,7
<i>Escherichia coli</i>	0,9	1,7	3,5	3,6	3,9
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	1,5	2,9	3,8	4,4	4,7

BEC 721985 à 5%

- Le mélange BEC 721985 a induit un effet bactéricide important à partir d'une concentration de 5% , avec une réduction logarithmique supérieure à 3 au bout de 14 jours.

b) Activité fongicide du mélange BEC 721985 à 3,5% et 5% en poids par rapport à la composition totale.

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
<i>Candida albicans</i>	1,6	3,4	3,5	3,8	4,1
<i>Aspergillus niger</i>	0,6	2,4	2,7	3,4	3,8

10

BEC 721985 à 3,5 %

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
<i>Candida albicans</i>	0,9	1,5	2,7	3,6	3,8
<i>Aspergillus niger</i>	0,6	2,4	3,3	3,5	3,6

BEC 721985 à 5 %

15

Le mélange BEC 721985 induit un effet fongicide important à partir de 3,5%. Ainsi pour *Candida albicans*, les réductions logarithmiques varient de 3,5 à 2,7 pour des concentrations respectivement de 3,5 et 5%. Pour *Aspergillus niger*, les réductions logarithmiques sont de 2,7 et 3,3 pour des concentrations respectivement de 3,5 et 5%.



### III - Efficacité anti-microbienne du mélange BEC SH

#### a) Activité bactéricide de BEC SH à 4% et 5% en poids par rapport à la composition totale.

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
Staphylococcus aureus	1,6	4,5	4,7	5,3	5,4
Escherichia coli	1,7	4,5	4,8	5,3	4,3
Pseudomonas aeruginosa	2,1	3,4	4,7	5,3	4,6

BEC SH à 4%

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
Staphylococcus aureus	1,8	4,4	5,0	5,2	4,5
Escherichia coli	2,1	4,7	5,2	4,4	5,2
Pseudomonas aeruginosa	2,2	3,5	4,4	4,9	4,7

BEC SH à 5%

#### b) Activité fongicide de BEC SH à 4% et 5% en poids par rapport à la composition totale.

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
Candida albicans	1,9	3,3	4,3	5,1	7
Aspergillus niger	1,0	3,5	4,5	4,8	5,2

BEC SH à 4%

15

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
<i>Candida albicans</i>	2,3	4,5	4,5	5,1	7
<i>Aspergillus niger</i>	1,4	3,8	4,8	5,0	7

BEC SH à 5%

IV - Efficacité anti-microbienne du mélange BEC SCS à 4,5% et 5% n  
poids par rapport à la composition totale.

5

a) Activité bactéricide de BEC SCS

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
<i>Staphylococcus aureus</i>	0,8	3,5	4,0	4,6	5,2
<i>Escherichia coli</i>	1,9	3,0	3,6	4,5	4,7
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	2,1	3,4	4,4	4,5	5,0

BEC SCS à 4,5%

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
<i>Staphylococcus aureus</i>	1,4	3,7	4,2	4,8	5,3
<i>Escherichia coli</i>	2,0	4,5	5,0	4,4	5,2
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	2,2	3,4	4,7	4,8	7

BEC SCS à 5%

10

b) Activité fongicide de BEC SCS à 4.5% et 5% en poids par rapport à la composition totale.

5

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
<i>Candida albicans</i>	2,3	4,6	4,4	4,6	7
<i>Aspergillus niger</i>	1,5	3,4	4,2	4,7	4,4

BEC\_SCS à 4.5%

SOUCHES	1 JOUR	7 JOURS	14 JOURS	21 JOURS	28 JOURS
<i>Candida albicans</i>	1,6	5,2	4,7	5,1	7
<i>Aspergillus niger</i>	1,7	3,5	4,5	4,9	4,5

BEC\_SCS à 5%

L'incorporation dans des formules cosmétiques des esters  $\alpha$ -butylglucoside est résumée dans le tableau suivant :

$\alpha$ -Butyl glucoside	Formulation	Dose Recommandée pour effet émulsionnant	Activité Bactéricide	Activité Fongicide
BEC 4	Emulsion E/H stables, blanches, très onctueuses	2.5-5%	à partir de 3,5%	à partir de 2,5%
BEC 721985	Emulsion H/E stables, blanches, très onctueuses.	2.5-5%	à partir de 5%	à partir de 3,5%
BEC SCS	Emulsion H/E stables, blanches, très onctueuses.	2.5-5%	à partir de 3,5%	à partir de 3,5%
BEC SH	Produits d'hygiène doux, mousse onctueuse, blanche, satinée	0.25 à 0.75%	à partir de 2,5%	à partir de 2,5%

### CI Activité antimicrobienne des d' $\alpha$ -butylglucosides

Propriétés bactéricides et fongicides de l' $\alpha$ -butylglucoside ( $\alpha$ -BG) à 0.8%, 1%, 3% et 5% en poids par rapport à la composition totale.

#### $\alpha$ -butylglucoside à 0.8%

		Réduction logarithmique				
		1j	7j	14j	21j	28j
Bactéries	Staphylococcus aureus	1,0	2,1	3,1	4,0	4,0
	Escherichia coli	1,0	2,0	2,2	3,1	3,2
	Pseudomonas aeruginosa	1,0	1,0	1,1	3,2	3,3
Levure	Candida albicans	0,0	2,0	1,2	1,3	1,3
Champignon	Aspergillus niger	0,1	1,2	2,0	3,0	3,0

$\alpha$ -butylglucoside à 1%

		Réduction logarithmique				
		1j	7j	14j	21j	28j
Bactéries	Staphylococcus aureus	1,0	2,0	3,3	4,1	4,2
	Escherichia coli	0,0	2,1	3,2	4,1	4,2
	Pseudomonas aeruginosa	1,0	2,1	3,3	4,3	4,3
Levure	Candida albicans	0,0	1,0	2,0	2,0	2,0
Champignon	Aspergillus niger	0,0	1,0	2,1	2,1	3,0

 $\alpha$ -butylglucoside à 3%

		Réduction logarithmique				
		1j	7j	14j	21j	28j
Bactéries	S. Aureus	1,0	2,0	3,3	4,0	4,1
	E. Coli	0,0	2,1	3,2	4,1	4,1
	Pseud. aeruginosa	1,0	2,1	3,3	4,1	4,1
Levure	Candida albicans	0,0	2,0	2,1	4,2	4,2
Champignon	Aspergillus niger	0,0	1,0	2,0	3,0	2,9

 $\alpha$ -butylglucoside à 5%

		Réduction logarithmique				
		1j	7j	14j	21j	28j
Bactéries	Staphylococcus aureus	1,0	2,1	3,3	4,1	4,1
	Escherichia coli	1,0	2,1	3,2	3,3	4,1
	Pseudomonas aeruginosa	1,0	2,1	3,2	4,2	4,2
Levure	Candida albicans	0,0	2,0	2,1	4,2	4,2
Champignon	Aspergillus niger	0,0	0,1	1,0	1,0	1,0

- 5 Les comptages ont traduit une faible diminution du nombre de germes pour des concentrations inférieures à 0,8%. L' $\alpha$ -BG correspond aux normes bactéricides exigées par la pharmacopée française pour des concentrations supérieures à 1%. On a observé une réduction

- logarithmique du nombre de souche d plus de 3 au bout d 14 jours sans augmentation ultérieure du nombre de souches. L'activité bactéricide de l' $\alpha$ -butylglucoside utilisé à des concentrations comprises entre 1 et 5% semble donc efficace. Il semblerait en outre qu'on obtienne un effet
- 5 bactéricide dans un premier temps puis bactériostatique dans un second.

Les concentrations de 1 et 3% répondent aux normes fongicides. De façon surprenante, une concentration de 5% en  $\alpha$ BG semblerait moins active sur *Aspergillus Niger* que des concentrations inférieures. Il y aurait donc un « effet dose » concernant le pouvoir fongicide de l' $\alpha$ -BG sur

10 *Aspergillus Niger*.

### D/ Applications particulières

- Les propriétés bactéricides et fongicides permettent d'envisager l'utilisation des  $\alpha$ -alkylglucosides, des esters d' $\alpha$ -alkylglucoside et des
- 15 mélanges « BEC » en tant que principes actifs cosmétiques et pharmaceutiques notamment dans les utilisations suivantes :

- utilisation dans la composition de produits pour l'hygiène et/ou de traitement capillaire, notamment les shampooings antipelliculaires, de produits coiffants ou colorants .
- 20 - utilisation dans la composition de produits pour l'hygiène et/ou le traitement de la peau, concernant notamment l'acné, sous forme de crème, de lait, de gel ou de lotion parfumée, de produits de bain ou de douche, de produits de rasage ou de maquillage, de déodorants ou de perspirants.

- 25 Les produits de beauté, de soins, de toilette et capillaires conformes peuvent en outre contenir des ingrédients habituellement utilisés en cosmétique ou en dermatologie, tels que parfums, colorants, autres conservateurs, agents séquestrants, des huiles végétales, animales ou synthétiques, des perfluoropolyethers, des agents hydratants, d s agents
- 30 antirides, des amincissants, des filtres solaires, des agents tensioactifs

anioniques, non-ioniques, amphotères ou cationiques, des polymères, des protéines, des agents de conditionnement, des stabilisateurs de mousse, des propulseurs.

### 5 E/ Exemples de compositions

Les tableaux ci-après présentent des compositions comprenant les principes actifs dans leur utilisation selon l'invention. Ces exemples sont destinés à illustrer la présente invention sans pour autant présenter un caractère limitatif.

#### Exemple 1

PHASE	INGREDIENTS	NOM INCI	%	FOURNISSEUR
A	BEC 4		2,5	SOLABIA®
A	Lanette O	Cetostearyl alcohol	2	HENKEL®
A	Cetiol J 800	Jojoba Oil	3,5	HENKEL®
A	Arlamol E	PPG 15 stearyl ether	4	ICI®
A	Arlamol 812	Capric/caprylic oil	5	ICI®
A	DC 200/350 Cs	Cyclomethicone	1	DOW
A	Cipol C-18	Stearyl alcohol	2,5	CORNING®
A	Aerosil 972	Silica	0,5	HENKEL®
A	Titane dioxyde	Titane Dioxide	10	DEGUSSA®
A	Propylène glycol	Propylene glycol	4	
	Fucogel 1000	Biosaccharide Gum-1	5	
	Eau		Q.S.P. 100	SOLABIA®

**Exemple 2**

PHASE	INGREDIENTS	NOM INCI	%	FOURNISSEUR
A	BEC 721985		5	SOLABIA®
A	Lanette O	Cetostearyl alcohol	2	HENKEL®
A	Cetiol J 800	Jojoba Oil	3,5	HENKEL®
A	Arlamol E	PPG 15 stearyl ether	4	ICI®
A	Arlamol 812	Capric/caprylic oil	5	ICI®
A	DC 200/350 Cs	Cyclomethicone	1	DOW
A	Cipol C <sub>18</sub>	Stearyl alcohol	2,5	CORNING®
A	Aerosil 972	Silica	0,5	HENKEL®
B	Propylène glycol	Propylène glycol	4	DEGUSSA®
B	Rhodicare T	Canthan Gum	0,15	RHONE P.
B	Eau		Q.S.P. 100	

**EMULSION H/E BEC721985 / 5%**

5

**Exemple3**

PHASE	INGREDIENTS	NOM INCI	%	FOURNISSEUR
G	BEC SH		0,75	SOLABIA
C	Miracare 2M CASE	Disodium cocoamphodiacetate (and) Sodium lauryl sulfate (and) sodium laureth sulfate (and) Propylène glycol	30	RHONE P.
B	EDTA	EDTA	0,10	
D	Dehyton K	Cocoamidopropyl betaine	5	HENKEL®
E	Plantarene PS 10	Sodium Laureth sulfate (and) lauryl glucoside	5	HENKEL®



F	Comperlan LS	Cocoamide DEA (and)	1	HENKEL®
I	Citric Acid	Laureth 12	0,4	
H	Germaben II	Citric Acid	0,45	ISP®
		Propylène glycol (and)		
		Diazolidinyl Urea (and)		
		Methylparaben (and)		
A	Eau	Propylparaben	Q.S.P	
			100	

FORMULE REC SH0,75%

**REVENDECATIONS**

1. Utilisation dans une composition, notamment pharmaceutique, cosmétique ou agro-alimentaire, d'un composant  $\alpha$ -alkylglucoside ou d'un
- 5 composant ester d' $\alpha$ -alkylglucoside ou un mélange de ceux-ci, en tant qu'agent microbicide, notamment bactéricide ou fongicide ou les deux à la fois, ledit composant ou ledit mélange étant en proportion suffisante pour préserver ladite composition d'un développement microbien notamment bactérien ou fongique ou les deux à la fois.
- 10
2. Utilisation selon la revendication 1 caractérisée en ce que le composant ou le mélange est en proportion comprise entre environ 0,5% et 10%, de préférence entre environ 2,5% et 5% en poids de ladite composition.
- 15
3. Utilisation selon la revendication 2, caractérisée en ce que le composant ester d' $\alpha$ -alkylglucoside est, en tant qu'agent bactéricide, en proportion au moins égale à environ 3,5 %, de préférence 5%, en poids de la composition.
- 20
4. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le groupe alkyle de l' $\alpha$ -alkylglucoside ou de l'ester d' $\alpha$ -alkylglucoside comporte 1 à 6 atomes de carbone.
5. Utilisation selon la revendication 4 caractérisée en ce que le groupe
- 25 alkyle est un groupe butyle.
6. Utilisation selon la revendication 5, caractérisée en ce que l'ester d' $\alpha$ -butylglucoside représente au moins 40%, de préférence au moins 80%, en poids d l'agent bactéricide et/ou fongicide.

7. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisée en ce que l'ester d' $\alpha$ -alkylglucoside est un mono- ou di- caprate d' $\alpha$ -butylglucoside, un mono- ou di- palmitate d' $\alpha$ -butylglucoside, un mono- ou di- cocoate d' $\alpha$ -butylglucoside.

5

8. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 dans laquelle différents composants ester d' $\alpha$ -butylglucoside sont associés ou non à d'autres composants selon la répartition a), b), c) ou d) suivante :

10	a)	Polyéthylène glycol (30) dipolyhydroxystéarate	15 %
		Monocaprate d' $\alpha$ -butylglucoside	48 %
		Dipalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	37 %
15	b)	Ester de polyoxyde d'éthylène et d'alcool gras	40 %
		Ether de polyéthylène glycol (21) et alcool stéarique	15 %
		Monocaprate d' $\alpha$ -butylglucoside	26 %
		Monopalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	19 %
20	c)	Ester d'acide citrique et glyceryl sorbitol	20 %
		Monocaprate d' $\alpha$ -butylglucoside	46 %
		Monopalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	34 %
25	d)	Dicocoate d' $\alpha$ -butylglucoside	48 %
		Monococoate d' $\alpha$ -butylglucoside	37 %
		Monopalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	15 %

9. Utilisation selon la revendication 1 ou 2 caractérisée en ce que le composant  $\alpha$ -alkylglucoside est, en tant qu'agent bactéricide, en proportion comprise entre environ 0,8% et 5% poids de la composition, et, en tant

qu'agent fongicide, en proportion comprise entre environ 1% et 3% en poids de la composition.

10. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 dans la composition de produits pour l'hygiène et/ou de traitement capillaire, notamment les shampooings antipelliculaires, de produits coiffants ou colorants.
11. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 dans la composition de produits pour l'hygiène et/ou le traitement de la peau, concernant notamment l'acné, sous forme de crème, de lait, de gel ou de lotion parfumée, de produits de bain ou de douche, de produits de rasage ou de maquillage, de déodorants ou de perspirants.
12. Composition pharmaceutique, cosmétique ou agro-alimentaire dont le principe actif comprend un ester d' $\alpha$ -alkylglucoside, un  $\alpha$ -alkylglucoside ou un mélange de ceux-ci, dont le groupe alkyle comporte 1 à 6 atomes de carbone.
13. Composition selon la revendication 12 caractérisée en ce que le principe actif est présent à raison de 0,5% à 10%, de préférence 2,5% à 5%, en poids par rapport à ladite composition.
14. Composition selon la revendication 12 ou 13 caractérisée en ce que le groupe alkyle est un groupe butyle.
15. Composition selon l'une quelconque des revendications 12 à 14 caractérisée en ce que l'ester d' $\alpha$ -alkylglucoside est un mono- ou di-caprate d' $\alpha$ -butylglucoside, un mono- ou di-palmitate d' $\alpha$ -butylglucoside, un mono- ou di-cocoste d' $\alpha$ -butylglucoside.

16. Composition selon la revendication 12 caractérisée en que le principe actif est constitué de l'un des mélanges a), b), c), et d) suivants :

5	a)	Polyéthylène glycol (30) dipolyhydroxystéarate	15 %
		Monocaprato d' $\alpha$ -butylglucoside	48 %
		Dipalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	37 %
10	b)	Ester de polyoxyde d'éthylène et d'alcool gras	40 %
		Ether de polyéthylène glycol (21) et alcool stéarique	15 %
		Monocaprato d' $\alpha$ -butylglucoside	26 %
		Monopalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	19 %
15	c)	Ester d'acide citrique et glyceryl sorbitol	20 %
		Monocaprato d' $\alpha$ -butylglucoside	46 %
		Monopalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	34 %
20	d)	Dicocoate d' $\alpha$ -butylglucoside	48 %
		Monococoate d' $\alpha$ -butylglucoside	37 %
		Monopalmitate d' $\alpha$ -butylglucoside	15 %

17. Composition selon l'une quelconque des revendications 12 à 16 caractérisée en ce son pH est compris entre 3 et 10, et de préférence environ égal à 5.

25

18. Procédé de préparation d'un ester d' $\alpha$ -butylglucoside pour une utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 caractérisé en ce que ledit ester d' $\alpha$ -butylglucoside est obtenu par estérification enzymatique stéréospécifique d' $\alpha$ -butylglucoside en présence d'un agent déviscosifiant, notamment l'hexane

30

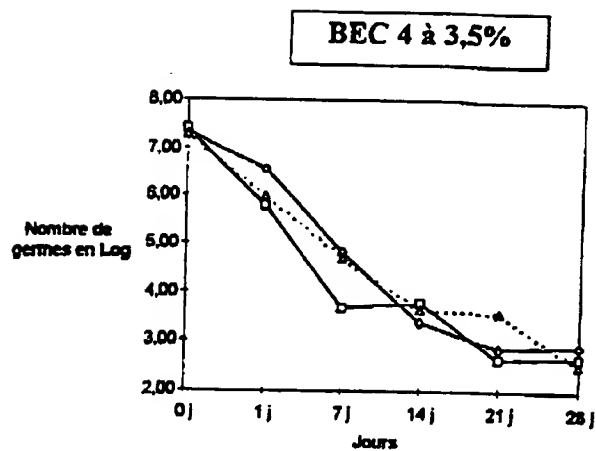


FIGURE 1A

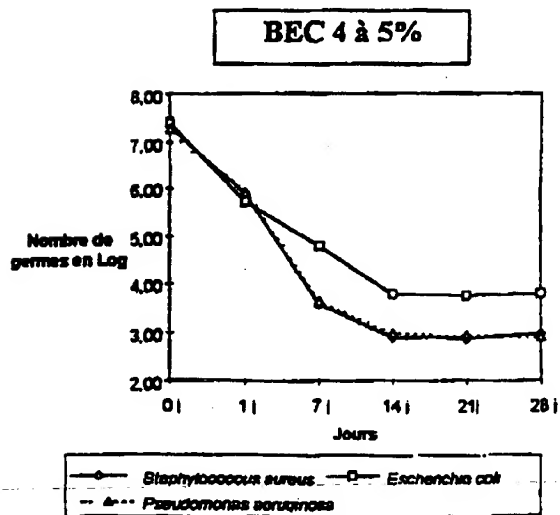


FIGURE 1B

BEC 4 à 3,5%

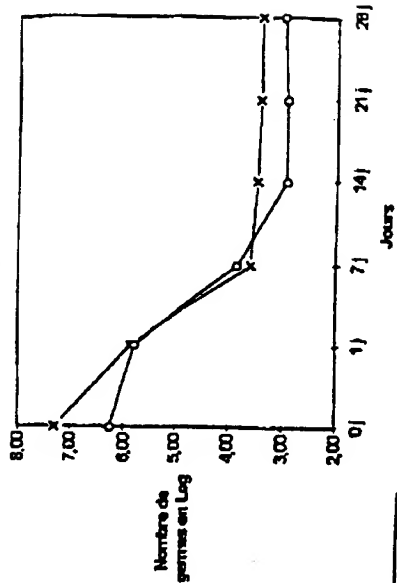
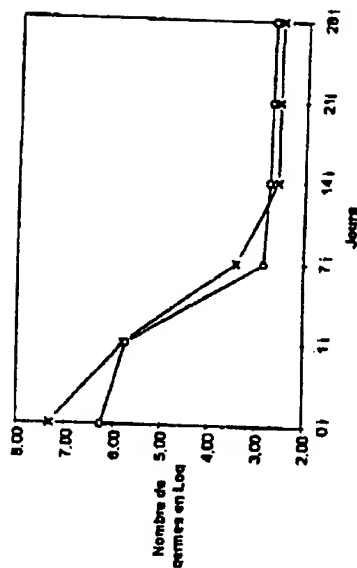


FIGURE 1D

BEC 4 à 5%



X - Candida albicans O - Aspergillus niger

FIGURE 1E

BEC 4 à 2,5%

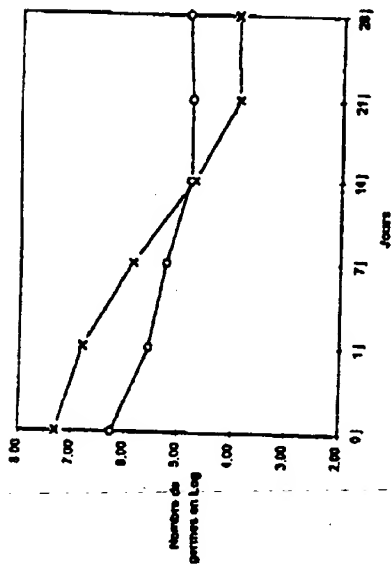


FIGURE 1C

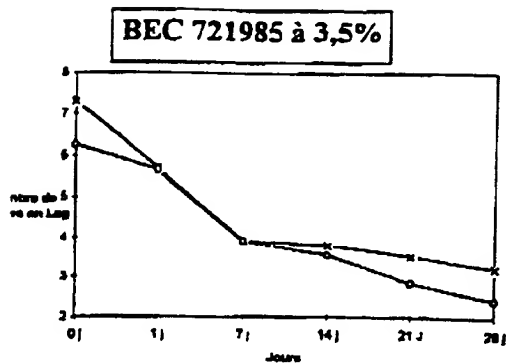


FIGURE 2A

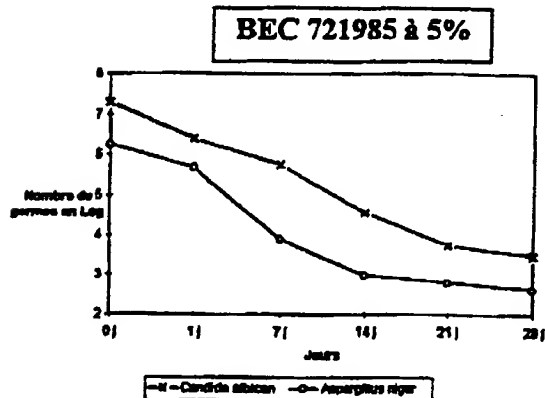


FIGURE 2B

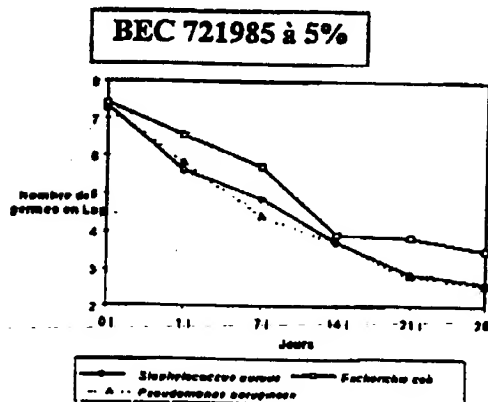


FIGURE 2C



## ACTIVITE BACTERICIDE DU BEC SH

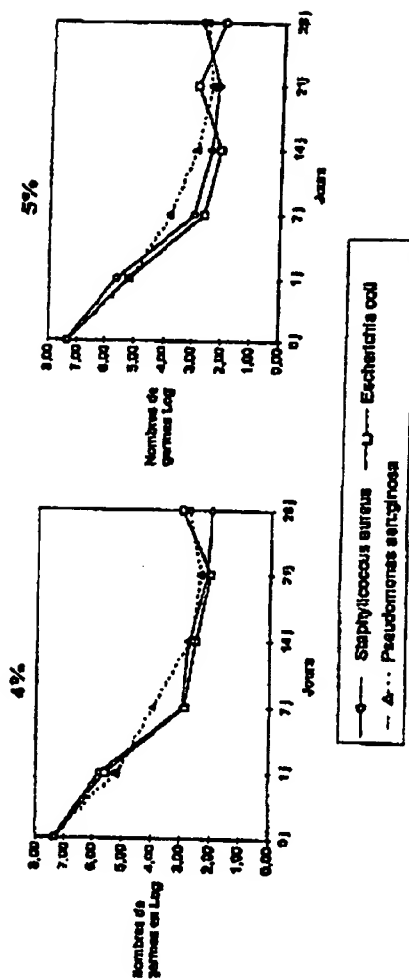


FIGURE 3A

## ACTIVITE FONGICIDE DU BEC SH

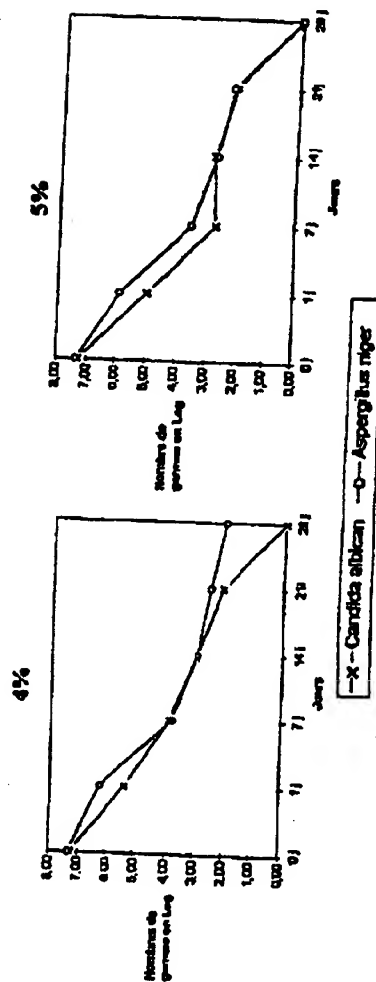


FIGURE 3B

# ACTIVITE BACTERICIDE DU BEC SC3

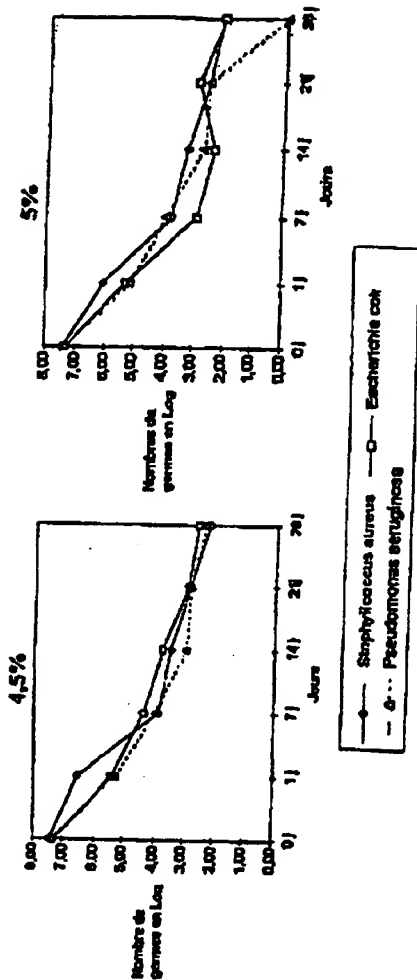


FIGURE 4A

# ACTIVITE FONGICIDE DU BEC SC3

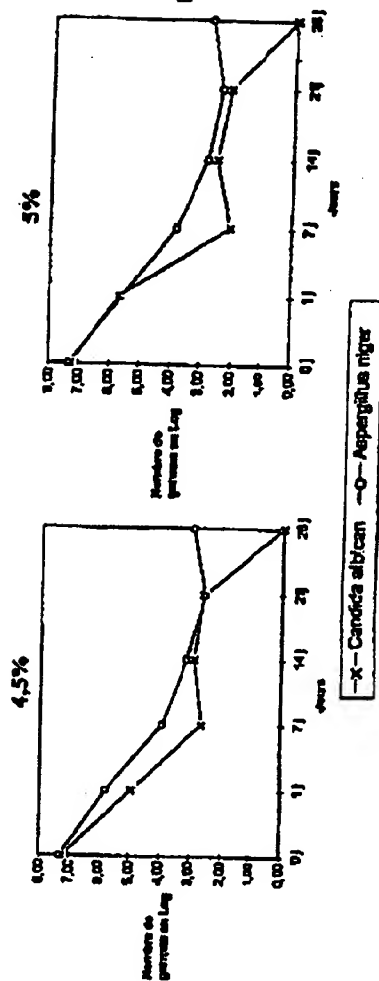
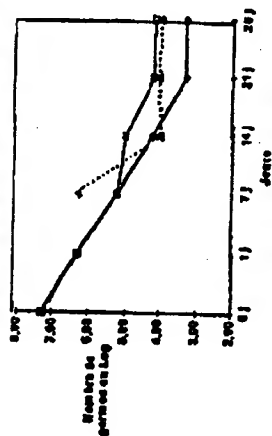
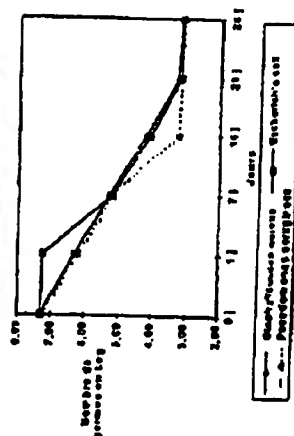


FIGURE 4B

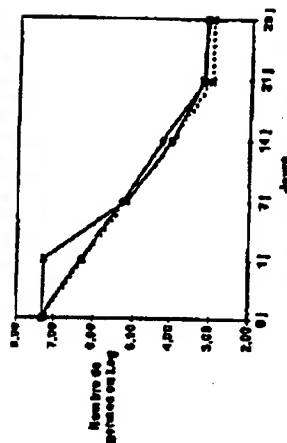
**ACTIVITE BACTERICIDE**  
***α*-butyrolacostide à 0,8%**



***α*-butyrolacostide à 3%**



***α*-butyrolacostide à 1%**



***α*-butyrolacostide à 5%**

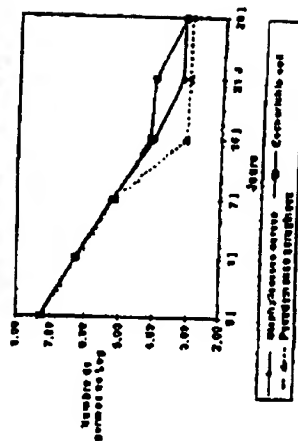
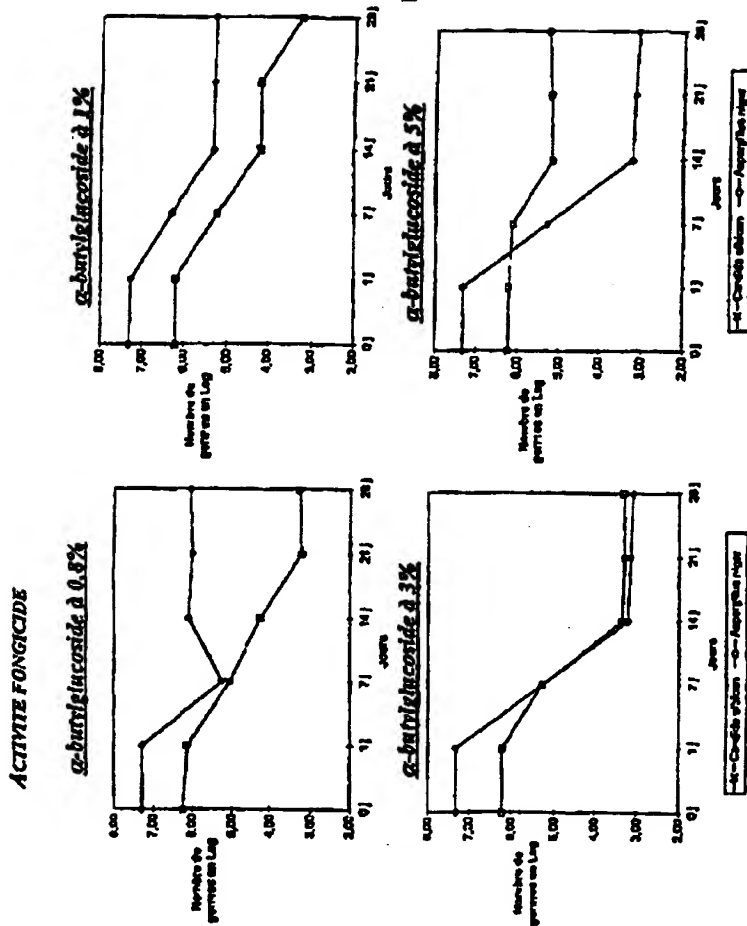


FIGURE 5A

7/7

FIGURE 5B



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern. Application No.  
PCT/FR 97/00913

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
IPC 6 A61K7/50 A23L3/3562 A01N31/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 6 A61K A23K A23L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	J. AM. OIL CHEM. SOC., vol. 67, no. 12, December 1990, ILLINOIS, pages 996-1001, XP000644758 SHUICHI MATSUMURA ET AL.: "SURFACE ACTIVITIES, BIODEGRADABILITY AND ANTIMICROBIAL PROPERTIES OF n-ALKYLGLUCOSIDES, MANNOSIDES AND GALACTOSIDES." see page 996, left-hand column, paragraph 2 see page 997, left-hand column, line 9 - line 24 ---	1
A	WO 94 12259 A (ICI PLC ;HOORNE DIRK (BE); AUDA MAHROUSSA (BE)) 9 June 1994 see page 1, line 1 - line 23 see page 2, line 31 - page 3, line 31 --- -/-	1,4

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*a\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

15 August 1997

Date of mailing of the international search report

27.08.97

Name and mailing address of the ISA  
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2220 HV Rijswijk  
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

McConnell, C

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/FR 97/00913

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 255 041 A (HENKEL KGAA) 3 February 1988 see page 2, line 25 - line 36 ---	1
A	EP 0 334 498 A (CERESTAR HOLDING BV) 27 September 1989 see column 3, line 43 - line 47; claims ---	18
P,A	FR 2 730 931 A (L'OREAL) 30 August 1996  see claims 1,8,34 see page 3, line 6 - line 14 ---	1,4,5,7, 11,18
A	FR 2 680 373 A (BIO INITIATIVES) 19 February 1993 cited in the application -----	

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 97/00913

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9412259 A	09-06-94	AU 676518 B	13-03-97
		AU 5469294 A	22-06-94
		EP 0671967 A	20-09-95
		JP 8503882 T	30-04-96
		NZ 257878 A	29-01-97
		ZA 9308590 A	01-06-94
EP 0255041 A	03-02-88	DE 3626082 A	11-02-88
		JP 1628662 C	20-12-91
		JP 2041008 B	14-09-90
		JP 63037313 A	18-02-88
		US 4775424 A	04-10-88
EP 0334498 A	27-09-89	AU 3150689 A	21-09-89
		ES 2057106 T	16-10-94
		JP 2009436 A	12-01-90
		US 4959459 A	25-09-90
FR 2730931 A	30-08-96	NONE	
FR 2680373 A	19-02-93	AT 147435 T	15-01-97
		AU 675205 B	30-01-97
		AU 2490892 A	16-03-93
		CA 2115164 A	04-03-93
		DE 69216631 D	20-02-97
		DE 69216631 T	07-08-97
		EP 0605453 A	13-07-94
		ES 2098527 T	01-05-97
		FI 940610 A	10-02-94
		WO 9304185 A	04-03-93
		JP 7501208 T	09-02-95
		NO 940462 A	30-03-94

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dema internationale No  
PCT/FR 97/00913

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
CIB 6 A61K7/50 A23L3/3562 A01N31/06

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)  
CIB 6 A61K A23K A23L

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	J. AM. OIL CHEM. SOC., vol. 67, no. 12, Décembre 1990, ILLINOIS, pages 996-1001, XP000644758 SHUICHI MATSUMURA ET AL.: "SURFACE ACTIVITIES, BIODEGRADABILITY AND ANTIMICROBIAL PROPERTIES OF n-ALKYLGLUCOSIDES, MANNOSIDES AND GALACTOSIDES." voir page 996, colonne de gauche, alinéa 2 voir page 997, colonne de gauche, ligne 9 - ligne 24	1
A	WO 94 12259 A (ICI PLC ;HOORNE DIRK (BE); AUDA MAHROUSSA (BE)) 9 Juin 1994 voir page 1, ligne 1 - ligne 23 voir page 2, ligne 31 - page 3, ligne 31 --- -/-	1,4

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

### \* Catégories spéciales de documents cités:

- \*A\* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- \*E\* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- \*L\* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- \*O\* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- \*P\* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- \*T\* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- \*X\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- \*Y\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- \*A\* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

15 Août 1997

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

27.08.97

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale  
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+ 31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

McConnell, C



# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dema internationale No  
PCT/FR 97/00913

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 255 041 A (HENKEL KGAA) 3 Février 1988 voir page 2, ligne 25 - ligne 36 ---	1
A	EP 0 334 498 A (CERESTAR HOLDING BV) 27 Septembre 1989 voir colonne 3, ligne 43 - ligne 47; revendications ---	18
P,A	FR 2 730 931 A (L'OREAL) 30 Août 1996 voir revendications 1,8,34 voir page 3, ligne 6 - ligne 14 ---	1,4,5,7, 11,18
A	FR 2 680 373 A (BIO INITIATIVES) 19 Février 1993 cité dans la demande -----	

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dem Internationale No

PCT/FR 97/00913

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 9412259 A	09-06-94	AU 676518 B	13-03-97
		AU 5469294 A	22-06-94
		EP 0671967 A	20-09-95
		JP 8503882 T	30-04-96
		NZ 257878 A	29-01-97
		ZA 9308590 A	01-06-94
-----			
EP 0255041 A	03-02-88	DE 3626082 A	11-02-88
		JP 1628662 C	20-12-91
		JP 2041008 B	14-09-90
		JP 63037313 A	18-02-88
		US 4775424 A	04-10-88
-----			
EP 0334498 A	27-09-89	AU 3150689 A	21-09-89
		ES 2057106 T	16-10-94
		JP 2009436 A	12-01-90
		US 4959459 A	25-09-90
-----			
FR 2730931 A	30-08-96	AUCUN	
-----			
FR 2680373 A	19-02-93	AT 147435 T	15-01-97
		AU 675205 B	30-01-97
		AU 2490892 A	16-03-93
		CA 2115164 A	04-03-93
		DE 69216631 D	20-02-97
		DE 69216631 T	07-08-97
		EP 0605453 A	13-07-94
		ES 2098527 T	01-05-97
		FI 940610 A	10-02-94
		WO 9304185 A	04-03-93
		JP 7501208 T	09-02-95
		NO 940462 A	30-03-94
-----			